

(8) Japanese Patent Application Laid-Open No. 2002-313727 and its corresponding United States Patent Application Publication No. US2003/0205237

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-313727

(P2002-313727A)

(43) 公開日 平成14年10月25日 (2002. 10. 25)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
H 0 1 L 21/205		H 0 1 L 21/205	4 K 0 3 0
C 2 3 C 16/44		C 2 3 C 16/44	J 5 F 0 0 4
H 0 1 L 21/3065		H 0 1 L 21/31	B 5 F 0 4 5
21/31		21/302	N

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-353312(P2000-353312)

(22) 出願日 平成12年11月20日 (2000. 11. 20)

(71) 出願人 000219967

東京エレクトロン株式会社

東京都港区赤坂5丁目3番6号

(72) 発明者 佐久間 健

神奈川県津久井郡城山町町屋1丁目2番41

号 東京エレクトロン東北株式会社相模事

業所内

(74) 代理人 100088487

弁理士 松山 允之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体製造装置のクリーニング方法

(57) 【要約】

【課題】 常時、所要のクリーニング清浄化が可能で、量産的な製造プロセスに適する半導体製造装置のクリーニング方法の提供。

【解決手段】 シリコンウェハに加工処理を施す加工処理室を具備する半導体製造装置のクリーニング方法であって、前記加工処理室内を、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理し、次いで還元性ガス雰囲気下で熱処理した後、酸化性ガス雰囲気下で熱処理することを特徴とする半導体製造装置のクリーニング方法である。また、上記工程においてハロゲン系ガス雰囲気下での熱処理の前に、還元性ガス雰囲気下で熱処理を行うことにより、加工処理室構成材料を腐食させることもなく、さらにクリーニングの効果が改善される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコンウェハに処理を施す処理室を具備する半導体製造装置のクリーニング方法であって、前記処理室内を、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理した後、還元性ガス雰囲気下で熱処理し、次いで酸化性ガス雰囲気下で熱処理することを特徴とする半導体製造装置のクリーニング方法。

【請求項2】 シリコンウェハに処理を施す処理室を具備する半導体製造装置のクリーニング方法であって、前記処理室内を、還元性ガス雰囲気下で熱処理した後、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理し、次いで還元性ガス雰囲気下で熱処理し、さらに酸化性ガス雰囲気下で熱処理することを特徴とする半導体製造装置のクリーニング方法。

【請求項3】 前記ハロゲン系ガスが、 ClF_3 、 HF 、 HCl 、 F_2 、 Cl_2 、 NF_3 、 NCl_3 、および CF_4 から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1もしくは請求項2に記載の半導体製造装置のクリーニング方法。

【請求項4】 前記還元性ガスが、 SiH_4 、 Si_2H_6 、及び H_2 から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1もしくは請求項2に記載の半導体製造装置のクリーニング方法。

【請求項5】 前記酸化性ガスが、 O_2 、 N_2O 、 NO 、および O_3 から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1もしくは請求項2に記載の半導体製造装置のクリーニング方法。

【請求項6】 内部にシリコンウェハを収容し処理を施すための処理室を具備したチャンバと、チャンバ内に配設され、シリコンウェハを保持するための保持手段と、チャンバ内にシリコンウェハ処理用ガスを供給するための手段と、チャンバ側面に設けられ、シリコンウェハをチャンバ内に搬入、および搬出するための開口部と、チャンバを気密に保つために該開口部を閉鎖するためのゲートバルブと、シリコンウェハを加熱するための加熱手段と、チャンバ内を減圧するための減圧手段を備えた半導体処理装置であって、前記処理室内を、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理した後、還元性ガス雰囲気下で熱処理し、次いで酸化性ガス雰囲気下で熱処理する工程によりクリーニング処理されることを特徴とする半導体製造装置。

【請求項7】 内部にシリコンウェハを収容し処理を施すための処理室を具備したチャンバと、チャンバ内に配設され、シリコンウェハを保持するための保持手段と、チャンバ内にシリコンウェハ処理用ガスを供給するための手段と、チャンバ側面に設けられ、シリコンウェハをチャンバ内に搬入、および搬出するための開口部と、チャンバを気密に保つために該開口部を閉鎖するためのゲートバルブと、シリコンウェハを加熱するための加熱手段と、チャンバ内を減圧するための減圧手段を備えた半

導体処理装置であって、

前記処理室内を、還元性ガス雰囲気下で熱処理した後、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理し、次いで還元性ガス雰囲気下で熱処理し、さらに酸化性ガス雰囲気下で熱処理する工程によりクリーニング処理されることを特徴とする半導体製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造装置のクリーニング方法および半導体製造装置に係り、さらに詳しくは半導体製造装置が具備する処理室のクリーニング方法および製造装置に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体デバイスは、シリコンウェハの表面に対する酸化被膜形成工程、各種薄膜形成工程、エッチング処理工程などの処理工程を経て製造されている。これらの処理工程においては、シリコンウェハ表面に各種処理ガスを供給し、シリコンウェハを加熱して処理を行う半導体製造装置が用いられている。

【0003】従来から用いられている典型的な枚葉式半導体製造装置は、シリコンウェハの処理室であるチャンバ内にシリコンウェハを載置するためのサセプタが配置されており、その上方には処理ガスを供給するための孔を多数配置した原料ガス供給部がある。そして、チャンバの側面には反応後のガスを排気するための排気管が形成されている。また、サセプタの下方にはシリコンウェハを加熱するための熱源が配置されている。チャンバを構成する材料としては、原料ガスとの反応によって腐食を発生しないようアルマイト処理されたアルミニウムやSUS、Niなどの耐食性材料が採用される。また、サセプタ材料としては、耐食性の良好なセラミックス材料が用いられている。

【0004】そしてこのような半導体製造装置を用いて半導体デバイスを製造するプロセスにおいて、シリコンウェハ表面に薄膜を形成するには、薄膜形成原料ガスとして SiH_4 、 NH_3 、 TEOS 、 $\text{Ta}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$ などを用いて、シリコンウェハ表面で熱分解などの反応により、シリコンウェハ表面に各種薄膜を堆積することにより行われるが、シリコンウェハ表面への薄膜形成と同時に、これらの原料ガスの分解生成物が処理装置チャンバの壁面や、シリコンウェハ保持治具であるサセプタなどの表面にも、いわゆる付着膜として堆積してしまう。チャンバ内のシリコンウェハ以外の部分に付着した付着膜は、以後の成膜工程の繰り返しによって累積して付着し、膜厚が厚くなるとチャンバ内の温度変化などによりクラックが発生して剥離する。その結果、剥離した付着膜は、パーティクル状となり、被処理シリコンウェハ上に付着してデバイス欠陥の原因となってしまう。

【0005】従来、上記半導体デバイスの製造プロセスにおける付着膜に基づいて生じるパーティクル汚染対策

として、処理室内の構成部材、たとえば内壁面、シリコンウェハの支持体、加熱体、加熱型支持体、サセブタなどを清浄化するためのクリーニング処理工程を採用している。従来、クリーニング処理手段としては、(a) HF水溶液のようなエッチング液で表面層をエッチング処理した後に、不活性ガス雰囲気中で熱処理する方法、

(b) チャンバ内をハロゲン系クリーニングガス雰囲気とし、加熱処理して付着膜をエッチング除去する方法などが行われている。

【0006】しかしながら、上記各クリーニング手段には、次のような不都合がある。まず、(a)の手段は、いわゆるウェットクリーニングを主体としているため、クリーニング操作に長時間を要するだけでなく、構成部材の取り外し分解、取り付け組み立てなど煩雑な操作を伴うため、半導体製造装置の稼働効率が低下するなどして量産性が損なわれる。

【0007】次に、(b)の手段は、処理ガスとして CF_4 、 NF_3 、 NCl_3 、 HCl 、 Cl_2 、 HF 、 F_2 、 CF_4 などのハロゲン系クリーニングガスをを用い、チャンバ内をこのクリーニングガスで充填した後、熱処理することにより行われる。ところで、シリコンウェハの成膜工程を経たチャンバ内には、①コールドウォールによる水の吸着、②原料ガス中に含まれる水酸基、③膜自身に含まれる水分などをソースとする水分が存在する。そして、これらの残存水分がクリーニングガスに含まれるハロゲン元素と作用することにより、ハロゲン化水素を生成して、チャンバ壁面金属を腐食し、それにより生成したハロゲン化金属が、チャンバ内で処理するシリコンウェハ上に飛散して金属汚染を引き起こす原因となる。また、水分が存在しない環境においても、ハロゲン元素が、チャンバ内に残留することになり、以後の処理工程においてチャンバ材料の腐食を引き起こし、同じくシリコンウェハの金属汚染など、悪影響を及ぼすことになる。

【0008】ところで、かかる金属汚染を防止する手段として、(c)所要の処理に先立って、その所要処理に使用するプロセスガスと同種のガスでクリーニングする方法（特開平5-144802号公報）、(d)表面層を熱酸化処理し、表面層中の不純物を酸化物不動態化して不純物の拡散を低減・抑制する方法（特開平11-135437号公報）、などの手段が知られている。

【0009】しかしながら、(c)の手段は、プロセスガスと同種のガスによりエッチングするものであるが、そのプロセスガスそのものが最適なエッチャーであるわけではなく、全ての金属元素を除去できるわけではないため、クリーニング効果において限界がある。実際、上記引用例によれば、プロセスガスによるクリーニングに先立って薬液によりクリーニング対象部材表面をエッチングした後プロセスガスによる処理を行っており、クリーニング処理が煩雑である。また、この方法によっても

厚く付着した付着膜を除去することはできず、パーティクル汚染の原因を除去することはできない。

【0010】さらに、(d)の手段は、表面層を強制的に酸化処理し、いわば表面層を不動態化して、気化性ないし拡散性を抑制する方式であるが、この方法によってクリーニングを行ってもチャンバから金属元素そのものが減少するわけではなく、クリーニング処理を反復実施することにより金属酸化物がチャンバ内に蓄積されてしまうため、このクリーニング処理のみで多数回のクリーニングを行うことはできず、反復実施回数に限界がある。また、この方法も付着膜自体を除去することはできず、パーティクル汚染を防止する作用を発揮するものではない。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】上記公知のクリーニング方法は、いずれもパーティクル汚染の原因および金属汚染の原因をとともに十分に排除することは難しく、かかるクリーニング方法を採用した場合、半導体デバイス製造プロセスにおける信頼性が損なわれ、その結果製造プロセスの生産性の低下を招来する一方、生産コストのアップともなる。特に、半導体デバイスの高性能化、高集積度が進められている現状においては、この半導体製造装置のクリーニング技術として、より有効な解決策が期待されている。

【0012】本発明は、上記事情に対処してなされたもので、簡便な操作で効果的に半導体製造装置の清浄化を行うことが可能で、量産的な製造プロセスに適する半導体製造装置のクリーニング方法の提供を目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】第1の発明は、シリコンウェハに処理を施す処理室を具備する半導体製造装置のクリーニング方法であって、前記処理室内を、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理した後に、還元性ガス雰囲気下で熱処理し、次いで酸化性ガス雰囲気下で熱処理することを特徴とする半導体製造装置のクリーニング方法である。

【0014】また第2の発明は、シリコンウェハに処理を施す処理室を具備する半導体製造装置のクリーニング方法であって、前記処理室内を、還元性ガス雰囲気下で熱処理した後に、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理し、次いで還元性ガス雰囲気下で熱処理し、さらに酸化性ガス雰囲気下で熱処理することを特徴とする半導体製造装置のクリーニング方法である。

【0015】本発明において、清浄化に使用するハロゲン系ガスとしては、 CF_4 、 HF 、 HCl 、 F_2 、 Cl_2 、 NF_3 、 NCl_3 、 CF_4 などがあげられ、これらは1種もしくは2種以上を混合して用いることができる。また、このハロゲン系ガスは、窒素ガスやアルゴンガスなどの不活性ガスで希釈して用いることもできる。これらのハロゲン系ガスの内では、 CF_4 を用いるこ

とが、被着膜をエッチングする際に室温程度の穏やかな条件で反応を起こすことができるため好ましい。

【0016】また、本発明において、清浄化に使用する還元性ガスとしては、たとえば SiH_4 、 Si_2H_6 、 H_2 などがあげられ、これらは1種もしくは2種以上を混合して用いることができる。また、この還元性ガスは、窒素ガスやアルゴンガスなどの不活性ガスで希釈して用いることもできる。これらの還元性ガスは、処理室内に存在するハロゲン化合物と反応して、それ自身が揮発性の高いハロゲン化ケイ素あるいはハロゲン化水素となり容易に系外に排出される。また、処理室に水分がある場合は、 SiH_4 、 Si_2H_6 などは水分と反応して二酸化珪素となって水分を除去し、処理室の腐食を防止する。これらの還元性ガスの内では、比較的低温で清浄化反応が開始することから、 Si_2H_6 を用いることが、好ましい。

【0017】本発明において、清浄化に使用する酸化性ガスとしては、 O_2 、 N_2O 、 NO_2 、 NO 、および O などがあげられ、これらは1種もしくは2種以上を混合して用いることができる。また、この酸化性ガスは、窒素ガスやアルゴンガスなどの不活性ガスで希釈して用いることもできる。これらの酸化性ガスの内では、 N_2O は、酸化力が高く比較的穏和な条件下で金属の不動態化処理が行える点で、また、 O_2 は安価に入手できる点で好ましい。

【0018】第3の本発明は、内部にシリコンウェハを収容し処理を施すための処理室を具備したチャンバと、チャンバ内に配設され、シリコンウェハを保持するための保持手段と、チャンバ内にシリコンウェハ処理用ガスを供給するための手段と、チャンバ側面に設けられ、シリコンウェハをチャンバ内に搬入、および搬出するための開口部と、チャンバを気密に保つために該開口部を閉鎖するためのゲートバルブと、シリコンウェハを加熱するための加熱手段と、チャンバ内を減圧するための減圧手段を備えた半導体処理装置であって、前記処理室内を、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理した後、還元性ガス雰囲気下で熱処理し、次いで酸化性ガス雰囲気下で熱処理する工程によりクリーニング処理されることを特徴とする半導体製造装置である。

【0019】第4の本発明は、内部にシリコンウェハを収容し処理を施すための処理室を具備したチャンバと、チャンバ内に配設され、シリコンウェハを保持するための保持手段と、チャンバ内にシリコンウェハ処理用ガスを供給するための手段と、チャンバ側面に設けられ、シリコンウェハをチャンバ内に搬入、および搬出するための開口部と、チャンバを気密に保つために該開口部を閉鎖するためのゲートバルブと、シリコンウェハを加熱するための加熱手段と、チャンバ内を減圧するための減圧手段を備えた半導体処理装置であって、前記処理室内を、還元性ガス雰囲気下で熱処理した後、ハロゲン系ガ

ス雰囲気下で熱処理し、次いで還元性ガス雰囲気下で熱処理し、さらに酸化性ガス雰囲気下で熱処理する工程によりクリーニング処理されることを特徴とする半導体製造装置である。

【0020】本発明において、クリーニング処理される半導体製造装置は、たとえば半導体デバイスの伝導形態を決める不純物の拡散処理室、エッチング処理室、スパッタリング処理室、CVD成膜室、酸化処理室などの処理室を具備したものである。つまり、シリコンウェハに所要の元素を不純物として拡散・注入する拡散装置、シリコンウェハ面に微細な加工を施すエッチング装置やスパッタリング装置、シリコンウェハ面に多結晶 Si や SiN を熱分解で成膜する熱CVD装置、 SiO_2 、 SiN 、 Ti などを成膜するプラズマCVD装置、シリコンウェハ面を酸化させて酸化膜を設ける酸化処理装置などである。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、図1を参照して、本発明の実施の形態を説明する。

【0022】図1は、本発明を適用することのできる半導体製造装置の1例であるCVD装置の概略構成を示す側面図であり、従来公知のものである。図1において、1が枚葉式熱処理装置であり、2は内部に被処理体であるシリコンウェハ4を収容可能に構成された処理室、いわゆるチャンバであり、3はシリコンウェハを載置するためのサセプタ、4は被処理体であるシリコンウェハ、5は、シリコンウェハの処理に用いる処理ガスの供給配管であり、チャンバ内に供給される処理ガスは整流化のために多数の小孔を穿設した処理ガス供給部材6を通してシリコンウェハ表面に給送される。そして処理工程において使用した処理ガスは排気管7を経由して廃棄処理される。

【0023】また、8は、サセプタ3を加熱するための熱源であり、電熱線ヒータやランプが用いられる。9はシリコンウェハ4をサセプタ3上に配置・回収するためにチャンバ2側面に形成された開口部であり、開口部9にはチャンバ内を気密に保持するためのゲートバルブ10が配設されている。

【0024】次に、上記CVD装置を用いたシリコンウェハ4に対する成膜処理、およびその後のクリーニング処理について説明する。

【0025】（第1の実施の形態）まず、チャンバ2内のサセプタ3上にシリコンウェハ4を開口部9を通して配置し、ゲートバルブ10を閉鎖する。次に、排気管7に接続されている図示していない排気ポンプにより、チャンバ2内を真空排気して、チャンバ2内を真空に保持する。この状態で、チャンバ2内に所要の成膜用ガス（たとえば Ar 、 O_2 、 SiH_4 など）を導入し、加熱装置8によりサセプタ3を高温に加熱して成膜処理を行う。次いで、ゲートバルブ10を開放し、所要の治具を

用いて開口部9から成膜されたシリコンウェハ4をチャンバ2外に取り出す。以上の成膜処理を所要回数行つて、チャンバ2壁面およびサセプタ3周辺などに、処理ガスの反応生成物いわゆる付着膜が堆積してパーティクル源として作用する恐れが生じた時点で、以下の工程によりチャンバ2内などのクリーニング処理を行う。

【0026】[ハロゲン系ガス処理工程] 本実施の形態のクリーニング方法においては、まずハロゲン系ガス雰囲気下でチャンバ2内を熱処理することにより、チャンバ内に堆積している付着膜中の金属元素をハロゲン化し、除去する。すなわち、排気管7に接続している図示しない排気ポンプを動作させ、チャンバ2内の圧力を真空中に設定した後、ハロゲン系ガスをチャンバ2内に導入し所定圧力でハロゲン系ガスを流通させたまま、チャンバ2内を加熱部材8により加熱する。

【0027】この工程において用いられるハロゲン系ガスとしては、 ClF_3 、 HF 、 HCl 、 F_2 、 Cl_2 、 NF_3 、 NCl_3 、 CF_4 などがあげられる。これらは単独でもしくは混合して用いることもでき、また、窒素ガスやアルゴンガスなどの希釈用の不活性ガスを併用することもできる。チャンバ2の加熱温度は、200～600℃の範囲が好ましい。また、熱処理の時間は、10～60分程度の範囲が好ましい。加熱温度及び加熱時間が上記範囲を下回った場合、十分な清浄化効果が期待できず、また、上記範囲を上回った場合には、エネルギー消費が大きい割には清浄化効果の改善が見られず不経済である。ハロゲン系ガス処理におけるガス流量は、チャンバ室内の容積、使用するガス種、ハロゲン系ガス濃度によって異なるが、100～1000SCCMの範囲が好ましい。また、この工程で用いる処理ガス中のハロゲン系ガスの濃度は、10～100容量%の範囲が望ましい。さらに、チャンバ内の圧力は、13.33～1333Pa (0.1～10 Torr) の範囲が好ましい。

【0028】この工程により、ハロゲン系ガスが、チャンバ2の壁面やサセプタ3の近辺に堆積している付着膜に作用し、付着膜を構成している金属元素を、ハロゲン化合物に転換し、生成する金属ハロゲン化合物の内、蒸気圧の高いフッ化物や塩化物が気体となって系外に排除される。また、FeやAl、Crなどの金属元素のハロゲン化合物は、蒸気圧が低いので、チャンバから除去されずに残留しやすいが、これらは以降の工程において処理される。

【0029】[還元性ガス処理工程] 次いで、チャンバ2内に還元性ガスを導入し熱処理することにより、前工程のハロゲン系ガス処理工程において生成した金属ハロゲン化合物を還元し、脱ハロゲン化する。すなわち、前工程でチャンバ2に給送していたハロゲン系ガスの導入を停止し、排気ポンプを作動させてチャンバ2内のハロゲン系ガスを排出した後、チャンバ2内を所定圧力に保ちながら還元性ガスを導入し、流通させたまま、チャンバ

2内を加熱部材8により加熱する。

【0030】この工程において用いられる還元性ガスとしては、 SiH_4 、 Si_2H_6 、 H_2 などがあげられる。これらは単独でもしくは混合して用いることもでき、また、窒素ガスやアルゴンガスなどの希釈用の不活性ガスを併用することもできる。この工程においてチャンバ内の加熱温度は、還元性ガス種によって異なるが、 SiH_4 や Si_2H_6 であれば室温～200℃、また H_2 であれば室温～900℃の温度が望ましい。加熱温度がこの範囲を下回ると、前工程で生成した金属ハロゲン化合物の還元が十分進行せず、脱ハロゲンの効果が発揮できない。一方、加熱温度が上記範囲を上回った場合、 SiH_4 や Si_2H_6 ではそれ自身が熱分解し、チャンバ内で付着膜を形成してしまい好ましくない。また、この還元性ガス雰囲気下の熱処理の時間は、枚葉処理の場合には1～10分間が好ましく、また、バッチ処理の場合には10～60分間が好ましい。この工程において、還元性ガスの流量は、チャンバ容量及び還元性ガス種によって異なるが、枚葉処理の場合10～1000SCCMの範囲が好ましく、またバッチ処理の場合には1000～2000SCCMの範囲が好ましい。また、この工程の処理ガス中における還元性ガスの濃度は、1～100容量%の範囲が望ましい。さらに、チャンバ内の圧力は、1.333～133.3Pa (0.01～1 Torr) の範囲が好ましい。

【0031】この工程により、 SiH_4 、 Si_2H_6 、 H_2 などの還元性ガスは、前記ハロゲン系ガスによる熱処理が終了した段階でチャンバ内に生成残留しているハロゲン化合物と反応し、蒸気圧が高いシリコンフッ化物や塩化物となって、また還元性ガスとして水素ガスを用いた場合はハロゲン化水素となって、排気管7から系外へ排出される。その結果、ハロゲン元素は系外に排出されるとともに、付着膜中の金属元素は還元されて遊離し、活性の高い金属元素となって、チャンバ2内の壁面に付着して残留し、次工程で処理される。この工程は、還元性ガス導入操作と、ガス供給を停止し排気ポンプを作動させる真空引ききり操作を交互に繰り返すと、ハロゲン化合物の排出効率が増加し効果が大きい。

【0032】[酸化性ガス処理工程] 次いで、上記還元性ガス処理に引き続き、チャンバ内に酸化性ガスを導入し熱処理することにより前工程で生成した遊離金属を不動態化して固定する。すなわち、前工程においてチャンバ内に導入していた還元性ガスの導入を停止し、排気ポンプを運転することによりチャンバの還元性ガスを排出する。次いで、チャンバ内に、酸化性ガスを導入し、所定圧力で酸化性ガスを流通させながら加熱手段によりチャンバ内を加熱する。この工程においては、連続して酸化性ガス雰囲気下で熱処理してもよいが、酸化性ガス雰囲気下での熱処理工程と排気ポンプによる真空減圧下の熱処理工程を交互に所定回数繰り返してもよい。後者の工

程の方が、ガスの滞留しやすい所への酸化性ガスの拡散が容易となるので好ましい。

【0033】この工程において用いられる酸化性ガスとしては、 O_2 、 N_2O 、 NO_2 、 NO 、および O_3 などがあげられる。これらは単独でもしくは混合して用いることもでき、また、窒素ガスやアルゴンガスなどの希釈用の不活性ガスを併用することもできる。チャンバ内の温度は、ヒータ付近の温度で500～1000℃の範囲が好ましい。またチャンバ内の圧力は、133.3～13330 Pa (1～100 Torr) の範囲で設定される。さらに、熱処理時間は、連続して酸化性ガス雰囲気下で熱処理する場合は、1～2時間の範囲が好ましく、酸化性雰囲気下での熱処理と真空減圧下での熱処理のサイクルを繰り返す場合は、両熱処理をそれぞれ5分程度行うサイクルを2時間程度行うことが好ましい。この工程における処理ガスの流量は、100～1000 SCCMの範囲が望ましい。また、この工程の処理ガス中における酸化性ガスの濃度は、10～100容量%の範囲が望ましい。さらに、処理ガスの圧力は、13.33～13330 Pa (0.1～100 Torr) の範囲が望ましい。

【0034】この工程により、チャンバ内壁面などに残留・付着している不純物である金属元素を酸化して、不動態として固定化する。すなわち、上記各清浄化工程において除去できずに残留している金属不純物は、この酸化性ガス処理工程において、酸化されて酸化物となり、イオン化したり蒸発してチャンバ壁面から脱離することのない不動態に変化し、金属汚染の原因とはならない形態に変化する。

【0035】以上の清浄化処理過程を経てクリーニングを行うことにより、Poly SiやW、Ti、Taなどの金属はハロゲン系ガス処理により系外に排除することができ、またハロゲン元素自体は、還元性ガス処理によって排除することができ、さらに、これらの工程によっては除去することが困難なFeなどの金属元素は、酸化性ガス処理により不動態化して金属汚染の原因とならないような安定な形態に固定化できる。さらに、ハロゲン系ガス処理によってチャンバ構成金属の腐食を生起する可能性についても、還元性ガス処理によって回避し、酸化処理により不動態化することができるため、さらに汚染防止の効果が向上することになる。

【0036】(第2の実施の形態)次に本発明の第2の実施の形態について説明する。第2の実施の形態においては、成膜処理工程を経た後、チャンバ内を還元性ガス雰囲気下において熱処理(第1の還元性ガス処理工程)した後、ハロゲン系ガス雰囲気下で熱処理(ハロゲン系ガス処理工程)し、次いで還元性ガス雰囲気下で熱処理(第2の還元性ガス処理工程)し、さらに酸化性ガス雰囲気下で熱処理(酸化性ガス処理工程)することによりクリーニングするものである。すなわち、本実施の形態

においては、成膜処理工程後、ハロゲン系ガスによる清浄化処理を施す前に、還元性ガス雰囲気下における熱処理処理すなわち第1の還元性ガス加熱処理を行う点が前述の第1の実施の形態と異なる点である。

【0037】この発明の実施の形態において、第1の還元性ガス加熱処理は、還元性ガス雰囲気下でチャンバ内を熱処理することにより、チャンバ内に含まれる水分を分解除去するものである。これは、半導体デバイス製造において成膜処理工程を経てチャンバ内に水分が存在する環境下でハロゲン系ガス処理を行うと、水分とハロゲン元素が反応してハロゲン化水素を発生し、これが原因となってチャンバ構成材料を腐食させるため、金属汚染の原因となる。そこで、この処理工程を採用することによりチャンバ構成材料の腐食を防止することができ、効果的にクリーニング処理を行うことができるものである。

【0038】すなわち、本実施の形態においては、この還元性ガス雰囲気下での熱処理工程を付加することにより、シリコンウェハの成膜工程において副生成物として水が発生するような処理を行った場合、より効果的にハロゲンガスによるチャンバ内の腐食を抑制することができるものである。すなわち、加工処理室内に水分が残留している状態で、ハロゲン系ガスが流されると、たとえばC1系ガスの場合、水分と反応してHClを生成し、このHClの腐食作用によって、加工処理室内壁面などのダメージ化が進行して汚染源として作用する。この還元性ガス処理によれば、 SiH_4 、 Si_2H_6 などの還元性ガスの存在下で、チャンバ2内などが熱処理されることにより、チャンバ2内などに残留している水分が、還元性ガスと $2H_2O + SiH_4 \rightarrow SiO_2 + 4H_2$ のように反応して、水分を分解し脱水する。その結果、ハロゲン系ガス処理を行っても、HClなどのハロゲン化水素の生成を防ぐので、腐食性を呈しなくなって、チャンバ構成材料の腐食に基づく金属汚染発生が解消される。なお、上記水分の分解で生成した SiO_2 は、後工程であるハロゲン系ガス処理においてフッ素系ガスなどで、容易にエッチング除去される。

【0039】以下、本実施の形態におけるクリーニング方法は前述の第1の実施の形態と重複するところが多いため、相違点についてのみ説明を行う。すなわち、前述の第1の実施の形態において説明したように、シリコンウェハの成膜処理を行ったチャンバ2の排気管7に接続されている排気ポンプを動作させ、チャンバ内を真空に排気した後、チャンバ内を所定圧力に保ちながら還元性ガスを導入し流通させたまま、チャンバ内を加熱部材により加熱する。

【0040】この工程の還元性ガス処理は、前述の第1の実施の形態で用いた還元性ガス処理とは、使用ガス種として水素を用いることがない以外は、ほぼ同等の条件で行うことができる。つまり H_2 は、水分と反応して脱

水する効果が期待できないから、この工程において使用するには適さない。

【0041】この工程において用いられる還元性ガスとしては、 SiH_4 、 Si_2H_6 などがあげられる。これらは単独でもしくは混合して用いることもでき、また、窒素ガスやアルゴンガスなどの希釈用の不活性ガスを併用することもできる。この工程においてチャンバ内の加熱温度は、 SiH_4 や、 Si_2H_6 を用いた場合は室温～200℃の温度範囲が望ましい。加熱温度がこの範囲を下回ると、前工程で生成した金属ハロゲン化物の還元が十分進行せず、脱ハロゲンの効果が発揮できない。一方、加熱温度が上記範囲を上回った場合、 SiH_4 、 Si_2H_6 自体が熱分解され、付着膜としてチャンバ内に堆積してしまうため好ましくない。また、この還元性ガス雰囲気下の熱処理の時間は、1～10分間が好ましい。この工程において、還元性ガスの流量は、チャンバ容量及び還元性ガス種によって異なるが、10～100 SCCMの範囲が好ましい。また、この工程の処理ガス中における還元性ガスの濃度は、1～100容量%の範囲が望ましい。さらに、チャンバ内の圧力は、1.333～133.3 Pa (0.01～1 Torr) の範囲が好ましい。

【0042】この第1の還元性ガス処理工程後、前述の第1の実施の形態において説明した如く、ハロゲン系ガス処理、第2の還元性ガス処理、及び酸化性ガス処理を行うことにより、チャンバ構成材料を腐食させることなく、チャンバ内のクリーニング処理を行うことができ、金属不純物汚染の原因を解消することができる。

【0043】以上に説明したように、この発明のクリーニング方法は、金属元素を含有する付着膜をハロゲン系ガス処理によって金属元素をハロゲン化し、蒸気圧の低い一部の金属元素を排除し、次いで、還元性ガス処理により、金属ハロゲン化物を分解してハロゲン元素を系外に排除するとともに金属元素を活性が高い遊離元素の状態に変化させ、最終的に酸化性ガスにより酸化処理を行って残留していた金属元素を不活性で金属汚染を生起するおそれのない不動態に転化させるものである。また、チャンバ内に水分が存在する環境においては予めシリコンハライドにより処理することによって脱水し、これによってチャンバ構成材料の腐食を防止し、腐食による金属汚染を防止するものである。

【0044】本発明は、以上の作用によって、汚染されたチャンバ内のクリーニングを行うものであり、上記各処理工程の趣旨を変更しない限り種々の変形が可能である。例えば、ハロゲン系ガス処理工程においては付着膜に含有する金属元素をハロゲン化する目的で行っていることから、このハロゲン系ガス処理に代えて、ハロゲン元素含有水性エッチング液による処理を行うこともできる。さらに、本発明のクリーニング処理に先立って物理的に付着膜を剥離する工程を採用することも可能であ

る。

【0045】また、本発明のクリーニング処理の対象となる半導体製造装置としては、不純物を拡散・注入する拡散装置、微細な加工を施すエッチング装置やスパッタリング装置、熱分解で成膜する熱CVD装置、酸化膜を設ける酸化処理装置などの場合も同様に適用できる。具体的には、内部にシリコンウェハを収容し処理を施すための処理室を具備したチャンバと、チャンバ内に配設され、シリコンウェハを保持するための保持手段と、チャンバ内にシリコンウェハ処理用ガスを供給するための手段と、チャンバ側面に設けられ、シリコンウェハをチャンバ内に搬入、および搬出するための開口部と、チャンバを気密に保つために該開口部を閉鎖するためのゲートバルブと、シリコンウェハを加熱するための加熱手段と、チャンバ内を減圧するための減圧手段などを備えた半導体処理装置に適用することができる。かかる装置としては、枚葉式の装置やバッチ式の装置のいずれも適用することができ、また上記処理室内にさらに他のシリコンウェハ取り扱い部材、例えば、シリコンウェハボート、シリコンウェハ搬送用ロボットなどが配置された装置であっても適用できる。さらに、本発明は半導体製造装置以外にも、液晶製造装置など半導体の製造と類似の成膜工程において使用される装置のクリーニングにも適用できる。

【0046】

【実施例】以下、本発明を実施例により、さらに詳細に説明する。

(実施例1) 図1のCVD装置を用い、開口部9からシリコンウェハ4をサセプタ3表面に載置し、チャンバ2壁面温度を170℃に保持した。

【0047】(1) 成膜工程

次いでチャンバ2内を500℃、3 Torrに維持し、処理ガス供給部6からPET (ペンタエトキシシランタレート: $\text{Ta}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$) 50mg、 He 300 SCCM、及び O_2 1 SLMからなる処理ガスを供給し、シリコンウェハ1枚あたり2分間加熱を継続することにより、シリコンウェハ表面に Ta_2O_5 の薄膜を形成した。

【0048】(2) ハロゲン系ガス処理工程

成膜したシリコンウェハ4をチャンバ2内から取り出した後、ゲートバルブ10を閉鎖し、排気配管7に接続された図示しない排気ポンプを動作させて、チャンバ2内を減圧にし、成膜に使用した処理ガスを排除した。次いで、チャンバ2内を300℃に加熱し、 ClF_3 500 SCCM、及び N_2O 5 SLMのハロゲン系ガスをチャンバ内に導入し、399.9 Pa (3 Torr) の圧力を維持したまま60分間熱処理を続けた。

【0049】(3) 還元性ガス処理工程

次いで、ハロゲン系ガスの供給を停止し、排気ポンプを動作させることにより、ハロゲン系ガスを排除した。そ

の後、チャンバ2内を250℃に保ち、SiH₄ 100 SCCM、N₂ 1SLMからなる還元性ガスをチャンバ2内に導入し、13.33Pa (0.1 Torr) で5分以上加熱処理した。

【0050】(4) 酸化性ガス処理工程

次いで、還元性ガスの供給を停止し、排気ポンプを動作させることにより、還元性ガスを排除した。その後、サセプタ温度を500℃とし、Ar 1SLM、O₂ 1SLM、及びN₂ 1SLMからなる酸化性ガスをチャンバ2内に導入し、666.5Pa (5 Torr) の圧力で2分間処理ガスを供給したまま加熱した後、真空引きを2分間行う工程を繰り返し、2時間、酸化性ガス処理を行った。

*

*【0051】(5) 評価

上記手順でクリーニング処理したチャンバ2中に、シリコンウェハ4を載置し、加温状態で不活性ガスをシリコンウェハ表面に吹き付け、シリコンウェハ表面の金属汚染量を測定した。汚染金属の量は、ICP質量分析法により測定を行った。なお、このICP質量分析法における定量下限は、2E9atoms/cm²である。その結果を表1に示す。表中、汚染金属量を示す数値の単位は、*E10atoms/cm²である。また、分析面は、シリコンウェハがサセプタ表面に接する面を裏面とし、不活性ガスが吹き付けられる面を表面とした。

【0052】

【表1】

	分析面	金属不純物含有量		
		Fe	Ni	Cu
参考例	表面	0.5	定量下限以下	定量下限以下
実施例1	表面	30	4	4.5
比較例1	裏面	30	4.5	5.0
	表面	24	3.1	4.0
比較例2	裏面	5000	350	1630
	表面	380	13	210
比較例3	裏面	79	18	36
	表面	52	10	20
比較例4	表面	42	7	10

【0053】また、表1には、不活性ガス吹きつけ処理を全く行っていないシリコンウェハのサンプル（参考例）、クリーニング処理を行う前の状態のチャンバにシリコンウェハを載置して不活性ガス吹きつけ処理を行ったサンプル（比較例1）、実施例1と同様にハロゲン系ガス処理を行った直後のチャンバ中で不活性ガス吹きつけ処理を行ったサンプル（比較例2）、実施例1と同様にハロゲン系ガス処理を行った後、酸化性ガス処理を行った直後のチャンバ中で不活性ガス吹きつけ処理を行ったサンプル（比較例3）、およびハロゲン系ガス処理を行った後に還元性ガス処理のみを行った直後のチャンバ内で不活性ガス吹きつけ処理を行ったサンプル（比較例4）について、本発明の実施例と同様の方法によって表面の金属不純物の量を測定した。その結果を表1に併せて示した。

【0054】表1の結果から明らかなように、本発明の実施例においては、参考例及びいずれの比較例の結果よりも、金属汚染が顕著に改善されることが明らかとなった。

【0055】（実施例2）図1のCVD装置を用い、ゲート9からシリコンウェハ4をサセプタ3表面に載置し、チャンバ2壁面温度を170℃に保持した。

【0056】(1) 成膜工程

次いでチャンバ2内を500℃、3 Torrに維持し、処理ガス供給部6からPET（ペンタエトキシシラン：Ta (OC₂H₅)₅）50mg、He 300 SCCM、及びO₂ 1SLMからなる処理ガスを供給し、シリコンウェハ1枚あたり2分間加熱を継続することにより、シリコンウェハ表面にTa₂O₅の薄膜を形成した。

【0057】(2) 第1の還元性ガス処理工程

次いで、ハロゲン系ガスの供給を停止し、排気ポンプを動作させることにより、ハロゲン系ガスを排除した。その後、チャンバ2内を250℃に保ち、SiH₄ 100 SCCM、N₂ 1SLMからなる還元性ガスをチャンバ2内に導入し、13.33Pa (0.1 Torr) で5分以上加熱処理した。

【0058】以下、実施例1と同様にして、ハロゲン系ガス処理工程、還元性ガス処理工程、および酸化性ガス処理工程を行った。その結果、実施例1と同様、ハロゲン系ガス処理によるクリーニング処理と比較して金属汚染が格段に改善されることが判明した。

【0059】

【発明の効果】以上に説明したように、第1の発明によ

れば、半導体製造装置が具備する処理室内を効率よく、かつ、半導体製造装置の稼働率を下げずに、清浄化することができる。また第2の発明によれば、上記効果に加えて、処理加工室内に水分が存在するような状況下でのクリーニングにおいても、ハロゲン元素による処理加工室構成金属の腐食を引き起こすこともなく、効率的に汚染された処理加工室内の清浄化を行うことができるため、信頼性の高い半導体デバイスの製造に大きく寄与する。さらに、第3および第4の本発明によれば、パーティクル汚染および金属汚染のおそれのない信頼のおける半導体製造装置を実現できる効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

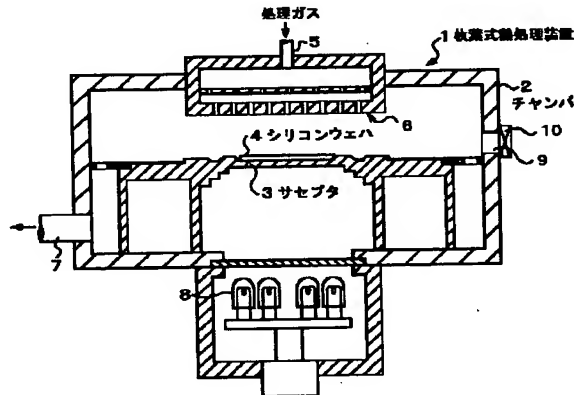
【図1】従来公知のCVD装置の概略構成を示す側面 *

* 図。

【符号の説明】

- 1 ……枚葉式熱処理装置
- 2 ……チャンバ
- 3 ……サセプタ
- 4 ……シリコンウェハ
- 5 ……処理ガス導入孔
- 6 ……処理ガス導入部材
- 7 ……排気管
- 8 ……加熱装置
- 9 ……開口部
- 10 ……ゲートバルブ

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K030 AA06 AA11 CA04 CA12 DA06
DA08 FA10
5F004 AA15 BD04 BD05 DA00 DA01
DA04 DA17 DA20 DA24 DA26
DA27 FA01 FA08
5F045 AA19 AB02 AB32 AB33 AC01
AC02 AC07 AC11 AC12 AC13
AC15 AC16 AC17 BB14 EB06